



Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 5 Absatz 1 des Änderungsgesetzes  
zum Patentgesetz

ISSN 0433-6461

(11)

1589 04

Int.Cl.<sup>3</sup>

3(51) C 08 B 9/00

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

21) WP C 08 B/ 2300 624  
31) C08B35267

(22) 19.05.81  
(32) 21.05.80

(44) 09.02.83  
(33) CU

- 71) ADW, INSTITUT FÜR POLYMERENCHEMIE, TELTOW-SEEHOF; DD;  
72) QUINTELA BETANCOURT, OSCAR, DIPL.-CHEM.; CU; PAUL, DIETER, DR. DIPL.-CHEM.; DD;  
RAMIREZ SOCARRAS, EDILBERTO, DIPL.-CHEM.; CU; BAYER, ROLAND, DR. DIPL.-CHEM.; DD;  
LANG, HERMANN, DR. DIPL.-CHEM.; DD;  
73) siehe (72)  
74) ADW, INSTITUT FÜR POLYMERENCHEMIE, 1530 TELTOW-SEEHOF, KANTSTRASSE 55

54) VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG VON VISKOSE MIT GUTER FILTRIERBARKEIT AUS  
BAGASSEZELLSTOFF

(57) Das Verfahren zur Herstellung von Viskose mit guter Filtrierbarkeit aus Bagassezellstoff besteht darin, daß die zerkleinerte Alkalicellulose mit einer Lösung von Polyethylenglykol eines Molekulargewichtes < 2500 und einer Menge von < 5 Masse-% — bezogen auf Cellulose — behandelt wird. Diese Viskose eignet sich zur Herstellung textiler Fasern, Fäden und Folien.

Oscar Quintela Betancourt  
Dr. Dieter Paul  
Edilberto Ramirez Socarras  
Dr. Roland Bayer  
Dr. Hermann Lang

-1-

230062 4

Titel der Erfindung

Verfahren zur Herstellung von Viskose mit guter Filtrierbarkeit aus Bagassezellstoff

Anwendungsgebiet der Erfindung

Diese Erfindung betrifft die Herstellung von Cellulose-xanthogenat und dessen alkalische Lösung - die Viskose - speziell mit Zellstoff von Einjahrespflanzen. Die so hergestellte Viskose ist geeignet für die Fabrikation von Textilfasern, Folien und anderen Formkörpern.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Traditionell werden Fasern und Filme aus Regeneratcellulose über den Viskoseprozeß aus Holzzellstoff hergestellt. Der dazu notwendige technologische Prozeß besteht aus folgenden Schritten: Alkalisierung des Zellstoffs mit Natronlauge, Xanthogenierung der Alkalicellulose mit Schwefelkohlenstoff, Auflösen des Xanthogenats in Natronlauge zu Viskose und Filtration derselben. Anschließend werden aus der Viskose in sauren Fällbädern Fasern und andere Produkte hergestellt.

Für Viskose aus Holzzellstoff hat man zum Zwecke der Verbesserung der Filtrierbarkeit verschiedene Varianten vorgeschlagen wie z. B. den Zusatz von Tallöl oder von Derivaten des Ethylenoxids, Mischung unterschiedlicher Viskosen usw. (US-PS 2 931 734, US-PS 3 758 458, DD-PS 206 217). Die zugegebenen Hilfsmittel haben im allgemeinen die Aufgabe, die Viskoseeigenschaften wie z. B. die Filtrierbarkeit, die Transparenz, den Durchlauf durch die Lagerbehälter und die Eigenschaften der erhaltenen Fasern zu verbessern. Normalerweise sind diese Substanzen Tenside, und es ist möglich, drei unterschiedliche Typen wie nichtionische, kationisch aktive und anionisch aktive Substanzen zu benutzen. Nichtionische Substanzen haben den Vorteil der Mischbarkeit mit geladenen Substanzen, ohne die Ladung des Systems zu beeinflussen.

Es sind viele Verfahren zum Holzaufschluß für die Zellstoffherstellung bekannt (K. Götze: Chemiefasern nach dem Viskoseverfahren, 3. Auflage 1967, Springer-Verlag Berlin, Heidelberg, New York).

Der Holzmangel in der Welt zwang als Konsequenz andere Cellulosequellen wie Einjahrespflanzen zu suchen. Zum Beispiel wurde der Aufschluß von Hanf mit Natriumsulfit bei Temperaturen oberhalb 413 K (GB-PS 841 382) oder von Baumwollinterts mit Natronlauge zur Herstellung von Zellstoff mit hohem  $\alpha$ -Cellulosegehalt (M. Omar, M.A. El-Tare boulsi, Tappi 43 (1960) Nr. 7, 260A-280A), angewendet. Auch für die Zuckerrohrbagasse ist ein Aufschluß notwendig, um einen Zellstoff mit genügend hohem Cellulosegehalt für die Produktion von Fasern oder Folien aus Regeneratcellulose zu erhalten. Für Bagasse werden einige Aufschlußkochungen zur Gewinnung von Qualitätszellstoff vorgeschlagen, so z. B. Aufschluß in Neutralsulfitlösung mit Aluminium- und Magnesiumbisulfit nach Vorhydrolyse mit 0,09 %iger Schwefelsäure (US-PS 2 731 345), Kochung mit Lauge und Natriumsulfid (JP-PS 2 351 (1956)) oder mit Salpetersäure (ES-PS 213 734). Nach diesen Verfahren erhält man zweifelsohne einen guten Papierzellstoff, aber durch seinen Gehalt an Pentosan n, Asche und Ligninderivaten ist er wenig tauglich für die Viskoseherstellung.

Für die Verbesserung der Eigenschaften von Zellstoffen aus Einjahrespflanzen - darunter aus Bagasse - hat man vorgeschlagen, die Bagasse vor der Entmarkung und Kochung mit verdünnter Lauge zu behandeln (DD-PS 204 814), außerdem wurde die Mischung verschiedener Zellstoffe verwendet (P.P. Jadon, Indian Pulp and Paper 27, 1972, Nr. 314).

Vergleichende Untersuchungen zwischen Bagasse und Holz in Australien bestätigen, daß nach dem Aufschluß mit Natronlauge nur Holz einen für den Viskoseprozeß tauglichen Zellstoff ergibt (N.N.: Bull. Imp. Inst. 27, 1929, 1-9).

Durch einen Aufschluß mit Natronlauge und Natriumsulfid erhält man einen Zellstoff aus Bagasse mit guten Eigenschaften für den Viskoseprozeß (V. Lopuja, C. Triane: Cuba Azúcar Enero/Marzo 1970, 31-39 und S.R.D. Gruha, M.M. Sing, V.B. Sabena: Indian Pulp and Paper 17, 1960). Aus diesem Bagassezellstofftyp wurden Viskosen nach dem Standardprozeß hergestellt und es haben sich Schwierigkeiten bei der Filtrierbarkeit gezeigt (L. Fuentes Aguilar: Ing. Quim. Mexico 1964, 10-15; G.J. Sleijhan: Silk Rayon Ind. India 4, Nr. 7, 1961, 14-15; S. El Shortano: Egypt J. Chem. 17, Nr. 3, 1974, 255-265 und G. Aguilar u. Mitarb.: Revista ICIDCA 7 (3) 42-49 (1973) und 12 (1) 18-32 (1978). Von G. Aguilar wurde aus Bagassezellstoff Viskose mit einem Filterwert von  $Kr = 3100$  erreicht. Wie zu sehen ist, sind diese durchgeführten Arbeiten auf die Lösung des Problems der Filtrierbarkeit der Viskosen aus Zuckerrohrbagasse gerichtet, trotzdem hat man bis jetzt das Problem nicht lösen können.

#### Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung ist es, eine Viskose aus Bagassezellstoff zu erzeugen, die in ihrer Qualität geeignet ist, für die Erzeugung textiler Fäden bzw. Fasern verwendet zu werden.

### Darlegung des Wesens der Erfindung

#### - Aufgabenstellung

Aufgabe der Erfindung ist, die Filtrierbarkeit der Viskose aus Bagassezellstoff zu verbessern.

#### - Merkmale der Erfindung

Es wurde gefunden, daß die Filtrierbarkeit der Viskose aus Bagassezellstoff sich deutlich verbessert, wenn die Alkalicellulose während des Zerfaserns mit einer Lösung von Polyethylenglykol von einem Molekulargewicht unter 2500 in Mengen bis zu 5 Masse% auf eingesetzte Cellulose bezogen, behandelt wird. Man erreicht auch gute Ergebnisse, wenn die Behandlung mit Polyethylenglykol nicht vor sondern nach der Vorreife der Alkalicellulose vorgenommen wird.

Die behandelte vorgereifte Alkalicellulose wird mit Schwefekohlenstoff bis zu 50 % - auf eingesetzte Cellulose bezogen xanthogeniert bei einer Temperatur unter 305 K und einer Reaktionszeit bis zu 3 Stunden. Das Cellulosexanthogenat wird bei einer Temperatur unterhalb von 298 K in Natronlauge bis zu 4 Stunden gelöst und ergibt eine Viskose mit einem Cellulosegehalt zwischen 4 und 12 % und einen Alkaligehalt zwisc. 3 und 8 %.

Statt mit Polyethylenglykol ist auch eine Behandlung der Alkalicellulose mit einer Mischung von diesem und einigen Derivaten wie z. B. Alkylamino-polyethylenglykol möglich.

### Ausführungsbeispiele

1. Der Vorhydrolyse-Sulfat-Bagasse-Zellstoff wurde mit 17 %iger Natronlauge bei einer Temperatur von 293 K und einem Verhältnis Cellulosegewicht : Laugevolumen von 1 : 30 alkalisiert. Die zerkleinerte Alkalicellulose wurde mit 0,5 % (auf eingesetztes Cellulosegewicht bezogen) eines Polyethylenglykols in Lösung, dessen Molekulargewicht unter 2500 lag, behandelt.

Die Alkalicellulose wurde 48 Stunden bei 293 K vorge-reift, um den Polymerisationsgrad der Cellulose auf unge-fähr 400 zu verringern. Die vorgereifte Alkalicellu-lose wurde mit 40 % Schwefelkohlenstoff - auf Cellu-losegewicht in der Alkalicellulose bezogen - bei 301 K während 2 Stunden umgesetzt. Das durch die Reaktion er-haltene Cellulosexanthogenat wurde in Natronlauge bei 288 K zu einer Viskose mit 7,87 % Cellulose und 7,71 % Alkali gelöst. Die Viskose hatte außerdem eine Viskosi-tät von 104 Kugelfallsekunden und einen Substitutions-grad von  $\gamma = 67,7$ . Die Filtrierbarkeit der so erhalte-nen Viskose wird durch einen Kr-Wert von 376 (ent-sprechend 1504 nach der Methode von G. Aguilar) beschrie-ben. Ein Kriterium für die Beurteilung der Filtrations-eigenschaften einer Viskose ist der gesamte viskositäts-korrigierte Kr-Wert (TGL 142-2042 S. 9, Gruppe 14700 "Produktion von Fasern aus Viskose", Methode der che-mischen Kontrolle, Sept. 1971):

$$Kr = F \cdot 10^5 (2 - b/a)/(a + b) N^{0,4}$$

wobei F die Filtrationsfläche in  $\text{cm}^2$ ,

a die Filtratmasse in 20 Minuten Filtrations-zeit,

b die Filtratmasse zwischen der 20. und 60. Mi-nute der Filtrationszeit und

N die Viskoseviskosität in Kugelfallsekunden sind.

## 2. Vergleichsbeispiel:

In gleicher Weise wurde wie beschrieben - mit Ausnahme des Zusatzes von Polyethylenglykol - eine Viskose herge-stellt. Die Alkalicellulose enthielt 15,88 % Alkali und 35,38 % Cellulose. Die Ausführung der Vorreife, Xantho-genierung und Lösung erfolgte wie oben beschrieben. Es wurde eine Viskose mit 6,31 % Alkali, 7,58 Cellulose, eine Viskosität von 85 Kugelfallsekunden und einen  $\gamma$ -Wert von 53,9 erhalten. Der Filtrationswert Kr war 727 (ent-sprechend 2908 nach G. Aguilar). Dem großen Kr-Wert nach ist die Filtrierbarkeit schlechter als in Beispiel 1.

3. Unter gleichen Bedingungen wie in Beispiel 1 wurde eine Alkalicellulose mit 15,4 % Alkali und 34,46 % Cellulose erhalten und mit 1 % (auf eingesetztes Cellulosegewicht bezogen) Polyethylenglykol des Molekulargewichts  $< 2500$  behandelt. Der Prozeß wurde fortgeführt unter den gleichen Bedingungen der Vorreife, Xanthogenierung und Lösung wie in Beispiel 1. Es wurde eine Viskose mit 19,79 % Alkali, 9,10 % Cellulose, einer Viskosität von 127 Kugelfallsekunden und einem  $\eta$ -Wert von 54,4 erhalten. Die Filtrierbarkeit entsprach einem Kr-Wert von 206 (entsprechend 824 nach G. Aguilar).

4. 30 g Bagassezellstoff wurden mit 17 %iger Natronlauge bei gleicher Temperatur und Flotte wie in Beispiel 1 alkalisiert. Nach Zusatz von 0,5 % Polyethylenglykol, das auch in Beispiel 1 verwendet wurde, ergab sich eine Alkalicellulose mit 14,79 % Alkali und 31,61 % Cellulose. Die Alkalicellulose wurde bei 293 K 48 Stunden vorgereift bis der Polymerisationsgrad der Cellulose sich auf ungefähr 400 verringert hatte. Die vorgereifte Alkalicellulose wurde in diesem Fall mit 50 % Schwefelkohlenstoff - auf Cellulosegewicht in der Alkalicellulose bezogen - bei 301 K während 2 Stunden zur Reaktion gebracht. Nach Auflösung des Cellulosexanthogenats wie in Beispiel 1 wurde eine Viskose mit 6,19 % Alkali und 7,42 % Cellulose erhalten. Die Viskosität betrug 85 Kugelfallsekunden, und der  $\eta$ -Wert war 58,6. Die Filtrierbarkeit dieser Viskose entsprach einem Kr-Wert von 359 (entsprechend 1436 nach G. Aguilar).

Vergleichsbeispiel:

5. Unter gleichen Bedingungen wie in Beispiel 4 wurde eine Alkalicellulose mit 15,11 % Alkali und 37,97 % Cellulose erhalten und nach dem vorherbeschriebenen Prozeß unter Weglassung der Polyethylenglykolzugabe eine Viskose mit 6,06 % Alkali, 7,36 % Cellulose, einer Viskosität von 99 Kugelfallsekunden und einem  $\eta$ -Wert von 57,5 hergestellt. Die Filtrierbarkeit entsprach einem Kr-Wert von 638 (entsprechend 2552 nach G. Aguilar).

Erfindungsanspruch

1. Verfahren zur Herstellung von Viskose mit guter Filtrierbarkeit aus Bagassezellstoff mittels Alkalisierung mit Natronlauge, Xanthogenierung der Alkalicellulose mit Schwefelkohlenstoff, Lösung des Cellulosexanthogenates in einer Natronlauge zur Viskose und deren Filtration, gekennzeichnet dadurch, daß die zerkleinerte Alkalicellulose des Bagassezellstoffs mit einer Lösung eines Polyethylenglykols eines Molekulargewichtes kleiner als 2500 in einer Konzentration 45 Masse% bezogen auf die Cellulose, behandelt wird.
2. Verfahren nach Punkt 1, gekennzeichnet dadurch, daß die genannte Behandlung vor oder nach der Vorreife der Alkalicellulose durchgeführt wird.
3. Verfahren nach Punkt 1 und 2, gekennzeichnet dadurch, daß die Behandlung mit Mischungen des Polyethylenglykols und seiner Derivate erfolgt.